

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problems Mailbox.**

THIS PAGE BLANK (USPTO)

**THIS PAGE BLANK (USPTO)
BEST AVAILABLE COPY**



BREVET D'INVENTION

NUMERO DE PUBLICATION : 1003269A3

NUMERO DE DEPOT : 9000750

Classif. Internat.: C01F

Date de délivrance : 11 Février 1992

MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la Convention de Paris du 20 Mars 1883 pour la Protection de la propriété industrielle;

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d' invention, notamment l' article 22;

Vu l' arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d' invention, notamment l' article 28;

Vu le procès verbal dressé le 27 Juillet 1990 à 14h45
à l' Office de la Propriété Industrielle

ARRETE:

ARTICLE 1.- Il est délivré à : EMPRESA AUXILIAR DE LA INDUSTRIA AUXINI S.A. (AUXINI)
Plaza del Marques de Salamanca 8, 28006 MADRID(ESPAGNE)

représenté(e)(s) par : VOSSWINKEL Philippe, BUREAU GEVERS S.A., Rue de
Livourne 7 - B 1050 BRUXELLES.

un brevet d' invention d' une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : PROCEDE D'OBTENTION DE CARBONATE DE CALCIUM DE HAUTE PURETE, A PARTIR D'UN MINERAL QUELCONQUE CONTENANT DU CALCIUM.

INVENTEUR(S) : Saenz Palacios Carmelo, Carlos Caamano 5, Madrid (ES); Fernandez Tornero Federico, Isla de Alboran 60, Pozuelo de Alarcon (Madrid) (ES)

Priorité(s) 28.07.89 ES ESA 8902686

ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l' invention, sans garantie du mérite de l' invention ou de l' exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeur(s).

Bruxelles, le 11 Février 1992
PAR DELEGATION SPECIALE :

**Procédé d'obtention de carbonate de calcium de haute pureté,
à partir d'un minerai quelconque contenant du calcium".**

La présente invention est relative à un procédé d'obtention de carbonate de calcium de haute pureté à partir d'un minerai quelconque contenant du calcium.

5 Le développement du procédé faisant l'objet du brevet espagnol n° 8700970 de la même demanderesse et les recherches ultérieures réalisées par nous dans le traitement des minerais contenant du calcium et du magnésium pour séparer ce dernier sous forme d'oxyde de magnésium de haute pureté, en récupérant finalement le calcium sous forme de carbonate, également de haute pureté,
10 nous ont permis de savoir que le procédé en soi est non seulement important pour l'obtention de la magnésite mais aussi parce qu'il permet, avec de légères variantes déterminées par le type de minerai traité, d'obtenir un carbonate de calcium de pureté supérieure à 99 % à partir de minerais de compositions très variées quant aux teneurs
15 en calcium et en magnésium ou d'un autre cation quelconque que contient le minerai calcique, et aussi de minerais calciques à impuretés importantes, comme du SiO_2 , du Al_2O_3 et du Fe_2O_3 , etc., en pouvant même s'appliquer exclusivement à la purification de carbonate de calcium pour obtenir des produits d'une pureté suffisante pour leur
20 emploi à des fins pharmaceutiques.

En fait, l'objectif de ce brevet est de mettre en évidence les variations qui nous permettent le traitement de tous types de minerai de calcium dans des conditions industriellement et commercialement avantageuses.

25 Le procédé consistera essentiellement à soumettre le minerai à un traitement thermique analogue à celui réalisé suivant notre brevet antérieur. Le produit obtenu est soumis à une lixiviation avec une solution aqueuse de saccharose dont la concentration est déterminée en fonction du type de minerai à traiter, en pouvant
30

- 2 -

osciller, selon la concentration en calcium, magnésium et autre cation quelconque, entre 50 g/l et 600 g/l, de préférence entre 200 g/l et 300 g/l.

5 Les autres variables de la lixiviation pourront être maintenues avec de légères variations.

Les matières en suspension, susceptibles d'une exploitation commerciale, ayant été séparées par centrifugation ou filtration, la solution qui contient le saccharate calcique est soumise à un procédé de carbonatation afin de récupérer d'une part, le carbonate de calcium
10 extrêmement pur et, d'autre part, la solution de saccharose qui sera réintroduite dans le procédé.

La nouveauté principale du nouveau procédé réside précisément dans cette étape de carbonatation qui se réalise en deux phases au lieu d'une seule, afin de récupérer le maximum de calcium
15 à partir du saccharate calcique.

Comme agents de carbonatation, on peut utiliser de l'anhydride carbonique, des carbonates ou des bicarbonates solubles ou les gaz de la décomposition thermique. Le pH final de la solution doit être compris, comme c'est logique, dans la première phase entre
20 9,5 et 11, en se situant de préférence à 10,5, et dans la seconde phase entre 5 et 8,5, de préférence entre 6,5 et 7.

En fonction du minerai de départ, la suspension produite dans la première phase de carbonatation est susceptible d'une séparation par filtration, afin d'élever la pureté du carbonate
25 de calcium.

Les autres variables de l'étape de carbonatation, à savoir la température et la pression, ne subissent pas de variations appréciables par rapport à notre procédé antérieur.

30

35

REVENDEICATIONS

1. Procédé d'obtention de carbonate de calcium de haute pureté à partir d'un minéral quelconque contenant du calcium, en soumettant le minéral à un traitement thermique et à une lixiviation avec une solution aqueuse de saccharose, caractérisé en ce que la dissolution du saccharate calcique résultant de la lixiviation avec une solution aqueuse de saccharose, du produit obtenu dans le traitement thermique du minéral de départ, est soumise à un procédé de carbonatation en deux phases successives, une filtration de la suspension produite pouvant, en cas de nécessité et en fonction du minéral de départ, être intercalée entre ces deux phases.

2. Procédé d'obtention de carbonate de calcium de haute pureté, à partir d'un minéral quelconque qui contient du calcium, selon la revendication 1, caractérisé en ce que la concentration du saccharose doit être comprise entre 50 g/l et 600 g/l, de préférence entre 200 et 300 g/l.

3. Procédé d'obtention de carbonate de calcium de haute pureté à partir d'un minéral quelconque contenant du calcium, suivant la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que, comme agents de carbonatation, on peut employer de l'anhydride carbonique, des carbonates ou bicarbonates solubles ou les gaz de la décomposition thermique.

4. Procédé d'obtention de carbonate de calcium de haute pureté, à partir d'un minéral quelconque qui contient du calcium, suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le pH de la première phase de carbonatation doit être compris entre 9,5 et 11, en se situant de préférence à 10,5, et le pH de la seconde phase doit se situer entre 5 et 8,5, de préférence entre 6,5 et 7.

5. Procédé d'obtention de carbonate de calcium de haute pureté à partir d'un minéral quelconque qui contient du calcium, selon la revendication 1, caractérisé en ce que les hydroxydes en suspension, formés durant la lixiviation, peuvent atteindre un degré de pureté suffisant pour être commercialisés.

35



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE

établi en vertu de l'article 21 § 1 et 2
de la loi belge sur les brevets d'invention
du 28 mars 1984

Numero de la demande
nationale

BE 9000750
BO 2496

| DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS | | | |
|---|---|---|--|
| Catégorie | Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes | Revendication concernée | CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5) |
| Y | BE-A-337056 (DALOZE) * page 3, alinéa D - page 4, alinéa 1; revendications 1, 4 * | 1-5 | C01F11/18 |
| D,Y | EP-A-286564 (EMPRESA AUXILIAR DE LA INDUSTRIA, AUXINI) * le document en entier * | 1-5 | |
| A | GB-A-562544 (DU PONT DE NEMOURS) * revendications 1-7 * | 1 | |
| A | US-A-2587999 (HELLER) * colonne 3, lignes 6 - 44; revendications 1-8 * | 1 | |
| A | US-A-3340003 (JUDD) | | |
| | | | DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5) |
| | | | C01F |
| LA HAYE | | Date d'achèvement de la recherche 23 JUIN 1991 | Examineur ZALM W. E. |
| CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES | | | |
| X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire | | T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande I : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant | |

EPO FORM 1503 03.82 (P0443)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET BELGE NO.**

BE 9000750
BO 2496

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

24/06/91

| Document brevet cité au rapport de recherche | Date de publication | Membre(s) de la famille de brevet(s) | Date de publication |
|---|------------------------|---|------------------------|
| BE-A-337056 | | Aucun | |
| EP-A-286564 | 12-10-88 | Aucun | |
| GB-A-562544 | | Aucun | |
| US-A-2587999 | | Aucun | |
| US-A-3340003 | | Aucun | |

EPO FORM P043

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82